

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-220803

(43)公開日 平成5年(1993)8月31日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 9 C 47/00		7717-4F		
B 2 8 B 3/20	Z	7224-4G		
B 2 9 C 47/08		7717-4F		
// B 2 9 K 103:04				

審査請求 未請求 請求項の数32(全 15 頁)

(21)出願番号 特願平4-294084

(22)出願日 平成4年(1992)11月2日

(31)優先権主張番号 8 0 1 3 6 1

(32)優先日 1991年12月2日

(33)優先権主張国 米国 (U S)

(71)出願人 390037903

コーニング インコーポレイテッド

CORNING INCORPORATE  
D

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 コーニ  
ング (番地なし)

(72)発明者 クラレンス エドワード フォード

アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14870

ペインテッド ポスト セクストン ハ  
ロウ ボックス 285アールディーナンバ  
ー 2

(74)代理人 弁理士 柳田 征史 (外1名)

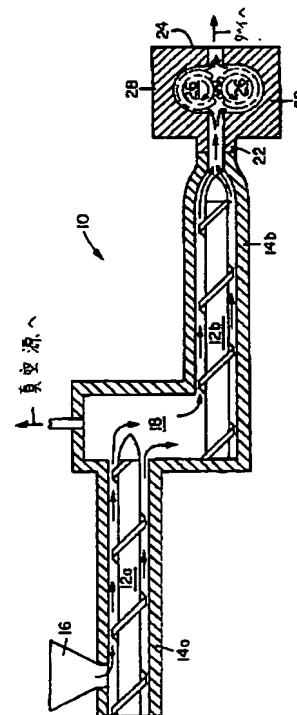
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 粉末材料の押出成形方法および装置

(57)【要約】

【目的】 高圧が容易に発生でき、同時に圧力の脈動を除去し、押出し条件を安定化して制御できる粉末材料の押出方法および装置を提供する。

【構成】 可塑化された混合物はホッパー(16)を通じて押出機(10)に導かれ、オーガスクリュー(12a)によりすくわれ、バレル(14a)中で圧縮されてバレルの排出末端へと矢印示すように移動する。これにより真空シールを形成する。次いでその混合物は、図示しないシュレッター中で寸断され、真空脱気室(18)に入り混合中に取り込まれた空気が除去される。脱気された混合物は脱気室の底に落下し、そこでスクリュー(12b)によりすくわれる。これにより、バレル(14b)中でその材料が圧縮されてギヤポンプ(20)に入力するのに必要な圧力を発生させる。ギヤポンプ(20)で圧力の脈動等が制御され、材料は次いで製品を形成するダイへ移送される。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉末材料を押し出して製品を形成する方法において、前記粉末材料がビヒクルを含む混合物の形状で提供され、押出機中を該材料を通過させ次いでダイ中を通過させる工程を含み、前記材料が前記押出機より排出された後で前記ダイに入る前に前記材料を1組以上のギヤを有するギヤポンプを通過させる工程を含み、前記1つのギヤポンプが2組以上のギヤを有する場合、該ギヤの組が前記材料の流動に関して連続的に配されていることを特徴とする押出し成形方法。

【請求項2】 前記1つのギヤポンプが1組のギヤを有することを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項3】 前記1つのギヤポンプが2組以上のギヤを有することを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項4】 前記1つのギヤポンプが2組のギヤを有することを特徴とする請求項3記載の方法。

【請求項5】 前記材料が前記1つのギヤポンプより排出された後で前記ダイに入る前に前記材料を1組以上のギヤを有する少なくとも1つの追加のギヤポンプを通過させる追加の工程を含み、前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組以上のギヤを有する場合、該ギヤの組が前記材料の流動に関して連続的に配されていることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項6】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが1組のギヤを有することを特徴とする請求項5記載の方法。

【請求項7】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組以上のギヤを有することを特徴とする請求項5記載の方法。

【請求項8】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組のギヤを有することを特徴とする請求項7記載の方法。

【請求項9】 前記粉末材料が、セラミック材料、ガラス、ガラスセラミック材料、金属、金属合金、サーメット、単体の炭素、有機材料およびそれらの組合せからなる群より選択されることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項10】 前記粉末材料がセラミック材料であることを特徴とする請求項9記載の方法。

【請求項11】 前記セラミック材料が、重量パーセントで表わして、約33から約41%の酸化アルミニウム、約46から約53%のシリカ、および約11から約17%の酸化マグネシウムから実質的な組成を有することを特徴とする請求項10記載の方法。

【請求項12】 前記混合物中の前記粉末材料の含有量が少なくとも約45体積%であることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項13】 前記混合物中の前記粉末材料の含有量が少なくとも約50体積%であることを特徴とする請求項12記載の方法。

【請求項14】 前記ギヤが、平、ヘリックスおよびヘリングボーンから選択される歯形状を有することを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項15】 前記ギヤの歯がヘリックス形状であることを特徴とする請求項14記載の方法。

【請求項16】 前記製品がハニカム構造を有することを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項17】 粉末材料を押し出して製品を形成するのに適した装置であって、該装置が押出機とダイを含み、前記粉末材料が該押出機を通過して次いで前記ダイを通過し、該粉末材料がビヒクルを含む混合物の形状で提供され、前記押出機と前記ダイとの間に1つのギヤポンプを有し、これにより前記粉末材料が前記押出し機より排出され前記ダイに入る前に2組以上のギヤを有する前記ギヤポンプを通過し、前記ギヤの組が前記材料の流動に関して連続的に配されていることを特徴とする装置。

【請求項18】 前記1つのギヤポンプが1組のギヤを有することを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項19】 前記1つのギヤポンプが2組以上のギヤを有することを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項20】 前記1つのギヤポンプが2組のギヤを有することを特徴とする請求項19記載の装置。

【請求項21】 前記1つのギヤポンプと前記ダイとの間に少なくとも追加のギヤポンプを含み、これにより前記粉末材料が前記1つのギヤポンプより排出された後で前記ダイに入る前に1組以上のギヤを有する前記少なくとも1つの追加のギヤポンプを通過し、前記少なくとも1つのギヤポンプが2組以上のギヤを有する場合、該ギヤの組が前記材料の流動に関して連続的に配されていることを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項22】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが1組のギヤを有することを特徴とする請求項21記載の装置。

【請求項23】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組以上のギヤを有することを特徴とする請求項21記載の装置。

【請求項24】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組のギヤを有することを特徴とする請求項23記載の装置。

【請求項25】 前記粉末材料が、セラミック材料、ガラス、ガラスセラミック材料、金属、金属合金、サーメット、単体の炭素、有機材料およびそれらの組合せからなる群より選択されることを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項26】 前記粉末材料がセラミック材料であることを特徴とする請求項25記載の装置。

【請求項27】 前記セラミック材料が、重量パーセントで表わして、約33から約41%の酸化アルミニウム、約46から約53%のシリカ、および約11から約17%の酸化マ

グネシウムから実質的な組成を有することを特徴とする請求項26記載の装置。

【請求項28】 前記混合物中の前記粉末材料の含有量が少なくとも約45体積%であることを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項29】 前記混合物中の前記粉末材料の含有量が少なくとも約50体積%であることを特徴とする請求項28記載の装置。

【請求項30】 前記ギヤが、平、ヘリックスおよびヘリングボーンから選択される歯形状を有することを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項31】 前記ギヤの歯がヘリックス形状であることを特徴とする請求項30記載の装置。

【請求項32】 前記製品がハニカム構造を有することを特徴とする請求項17記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】 本発明は粉末材料を押し出して製品を製造する方法における改良に関するものである。この方法はビヒクルを含む混合物の形態の材料を、押出機中を次いでダイ中を通過させる工程と、改良点としてその材料がダイに入る前にギヤポンプを通過させる工程とを含む。本発明に用いられるギヤポンプという用語は、ハウジング中に1組以上の連続したギヤを有するギヤポンプを称し、あるいは連続に配された2組以上のものを称する。そのギヤポンプの使用は、押出工程を安定化させ、制御するのに役立つ。ギヤポンプの使用により、ギヤポンプの入力末端から出力末端までの材料において高圧差異を生じさせることができる。それゆえ、高充填系を滑らかに押し出して均一で高品質の製品を形成できる。

【従来の技術】 触媒の支持に用いられる、例えばセラミックハニカムのような粉末材料の充填系の押出しにおいて、その材料に押出ダイを通過させるために非常に大きな圧力が要求される。現在、これは水圧ラム押出プレスにより、または2段脱気1軸オーガ押出機、または排出末端に備えられたダイアッセンブリとともに2軸スクリュミキサにおいて達成されている。後者において、その適切なスクリュミキ部分は、そのバッチ材料にそのダイを通過させるのに十分な圧力を発生させるために材料および他の工程の条件により選ばれる。

【発明が解決しようとする課題】 これらの圧力発生装置に関し、特にセラミック材料の押出しにおいて欠点がある。例えば、ラム押出機の場合、その工程は間欠性のものであり、材料中の不均質物質を除去する手段がない。また、押出機に新たに材料のチャージを装填する際に、境界面が残存する材料と新しいチャージとの間に形成される。これは材料中に欠点を生じさせる。1軸スクリュミキ押出機の場合には、材料はプラグ流動中で動き、その材料がスクリュミキと押出機の壁面に接触する際に材料は相当なせん断に遭遇する。ダイが直接1軸スクリュミキに

取り付けられている場合には、レオロジー差異のため材料はダイの面を横切って異なるように押し出される。押出機として用いられる2軸スクリュミキサにおいて、この効果は減少せしめられる。しかしながら、両方の種類の押出機において、スクリュミキから排出されるバッチのために圧力の脈動が生じる。この脈動は押出片の品質に影響する。1軸スクリュミキ押出機の場合には、薄壁セルラ構造を押し出すのに必要な高圧を生じるのが困難である。2軸スクリュミキは必要な圧力を生じることができるが、高圧によりスクリュミキ部分とバレル壁に相当な摩損を生ぜしめる。また、2軸スクリュミキサにおいて圧力を発生させるのに必要な作業入力、バッチの押出特性を変えるバッチ温度を上昇させる。スクリュミキメモリ (screw memory) と脈動を克服する努力において、押出機とダイとの間にオリフィスがしばしば用いられる。これは効果的である一方、押出機からの圧力の増大を必要とし、スクリュミキチップから脈動を除去しない。それゆえ、高圧が容易に発生でき、同時に上述した欠点が除去され、押出条件が安定化して制御され、例えばハニカムのような高品質の製品を矛盾せずに製造する粉末材料の押出し工程を改良することが有効である。

【課題を解決するための手段】 本発明の1つの特徴によると、粉末材料を押し出して製品を形成する方法において、その方法は材料を押出機中を通過させて次いでダイを通過させる工程を含み、その材料はビヒクルを含む混合物の形態で供給されるものであり、改良点として材料が前記押出機より排出された後で前記ダイに入る前にその材料を1つのギヤポンプを通過させる工程を含む。そのギヤポンプは1組以上のギヤを有する。そのギヤポンプが2組以上のギヤを有する場合には、そのギヤの組は互いに隣接して材料の流動に関して連続して配される。その材料はダイに入る前に、連続する1つ以上の追加のギヤポンプを通過することもできる。本発明の別の特徴によると、粉末材料を押し出して製品を形成するのに適した装置において、その装置は押出機とダイを含み、その粉末材料が押出機中を通過して次いでダイを通過し、その材料はビヒクルを含む混合物の形態で供給されるものであり、改良点として押出機とダイとの間に1つのギヤポンプを有し、これによりその粉末材料が前記押出機より排出される後で前記ダイに進入する前にその材料が前記ギヤポンプを通過する。そのギヤポンプは1組以上のギヤを有する。そのギヤポンプに2組以上のギヤがある場合には、それらギヤは材料の流動に関して連続的に配される。上記装置は、前記材料がダイに進入する前に通過する1つ以上の追加の連続したギヤを有することができる。本発明は粉末材料の押出方法における改良を提供し、その方法は前記材料を押出機中を次いでダイ中を通過させて製品またはボディを形成するものである。その材料はビヒクルを含む混合物の形態で提供される。改良は、前記材料が押出機より排出された後でダイに入る

前にその材料がギヤポンプを通過するように押出機とダイとの間に配置されたギヤポンプにある。この場合、材料は押出機からギヤポンプを通じてダイへと通過する。そこには2つ以上のギヤポンプがあってもよい。2つ以上のギヤポンプが用いられる場合には、それらギヤポンプは、材料が各ギヤポンプを連続して通過するように互いに連続して配される。その改良は、連続的な粉末材料の押出しのための安定して制御された工程の利点を提案している。そのギヤポンプは、押出しが脈動なく滑らかに行なわれるように材料中に高圧を発生させる。ボディ内の連続または均一な断面により証明されるように、均一な大きさや形状の製品が製造される。これらの改良はハニカムのような複雑な形状においてさえも明白である。現在まで、ギヤポンプは、本発明における高充填粉末材料の押出しには用いられていなかった。押出しは、ギヤポンプを用いない工程においてよりも、バッチがダイに近付くときのバッチ内のより低い温度そして減少した温度勾配で行なわれる。押出操作に亘っての材料の温度は粉末混合物中のビヒクル／結合剤系のゲル化点よりも低い。粉末／ビヒクル混合物中では、粉末材料は比較的そのビヒクルには不溶解性でなければならない。典型的な粉末材料は、セラミック材料、ガラス、ガラスセラミック材料、金属、金属合金、サーメット、単体の炭素、有機材料およびそれらの組合せである。混合物の金属または金属／合金の種類は1つは、Fe、CrおよびAl金属および／または金属合金の混合物であり、その他の金属、合金または酸化物等の種々の添加物もこれに含まれるが、本発明はこれらに限られたものではないことが理解されよう。ハニカムはこの種の混合物から押し出される典型的な形状である。セラミック材料は特に本発明の実施に適している。本発明のよるセラミック材料は、セラミックに加え、焼成してセラミックを形成する原材料を含む。前記ビヒクルは、水または適切な有機物のような湿った混合物を形成するいかなる材料でもよい。可塑剤は用途により多くの有機材料から選択できる。例えば、セラミック粉末とともに用いられる適切な可塑剤は、メチルセルロースまたはポリビニルアルコールである。解こう剤、潤滑剤、湿潤剤等の他の押出助剤も混合物の組成により必要であれば含有できる。典型的な混合物の組成のいくつかは、反応したときにコージライトを形成するような粘土、タルク、アルミナ、ムライトの組合せである。これらの混合物は高充填されている。本発明の実施によると、高充填とは混合物中の液体に対する固体の含有量が高いことを示すものである。例えば、混合物中の粉末材料の含有量は、典型的に少なくとも約45体積％であり、最も典型的には少なくとも約50体積％である。コージライト形成バッチの組成を有する高充填混合物の例のいくつかは、水の約30重量部に対して粉末の約100重量部、または粉末の約77重量％、そして水の約23重量％である。この組成物の粉末の比重は平

均で約2.5である。体積という用語において、典型的な組成は、粉末の約30体積部と水の約23体積部、または粉末の約57体積％と水の約43体積％である。好適な実施例によると、焼成によりコージライトを根本的に形成するある組成は、重量パーセントで表わして、約33から約41％の、最も好ましくは約34から約40％の酸化アルミニウム、約46から約53％の、最も好ましくは約48から約52％のシリカ、および約11から約17％の、最も好ましくは約12から約16％の酸化マグネシウムであるが、本発明はこれらに限られたものではないことが理解されよう。その成分は排他的ではなく典型的に、ジョージア カオリン ハイドライト MP原料粘土、ジョージア カオリン グロマックス LL焼成粘土、ファイザータルク、およびアルカン C-701 アルミナのような粘土、タルクおよびアルミナとして供給される。この組成物は、ダウ A4M メトセル<sup>®</sup>のようなメチルセルロースおよびステアリン酸ナトリウムのような界面活性剤(湿潤剤)とともに乾燥混合される。粉末材料は、その成分のうちある成分が水のようなビヒクルとともに混合されたときに、粘土のように塑性を与えることができるか、あるいはメチルセルロースまたはポリビニルアルコールのような有機材料と組み合わせられたときに、塑性に帰することができる微粒子(粗い粒の材料と対称的に)であることが好ましい。典型的にこの種の組成物においては、コージライト形成粉末成分のバルクは、直径で約1ミクロンから約15ミクロンの範囲に亘り、直径で約1ミクロン未満の薄片を含む粘土と、直径で15ミクロンより大きな粒子を有するアルミナおよびタルクとをともに含む。上記粉末は、酸化物、水酸化物等のような合成により製造された材料であり、あるいは粘土、タルクまたはこれらの組合せのような自然に生じた鉱物である。本発明の特別な関心は、セルラ構造またはハニカムの形状で押し出され、焼成によりコージライトボディを製造する材料にある。金属または金属合金混合物が上述したように用いられる場合、メチルセルロースまたはポリビニルアルコールのような結合剤を含むことが都合よい。有機酸、例えばオレイン酸のような酸化を防ぐ助剤を含むことが特に都合よい。水は典型的にビヒクルとして用いられる。本発明により与えられた改良は、押出方向に対して垂直に切断したときに一定の断面を有するボディ中の改善された寸法制御にある。本発明によるボディは都合のよい大きさと形状を有する。しかしながら、前記工程は、ハニカム、特にコージライトハニカムのようなセルラボディの製造に特に適している。セルラセラミックは、触媒担体、ディーゼル粒子フィルタ、溶融金属フィルタのようなフィルタ、蓄熱器のコアなどのような数多くの用途に用いられることが分かっている。本発明の工程により製造されたハニカムのいくつかの例は、約94セル/cm<sup>2</sup> (約600セル/in<sup>2</sup>)、約62セル/cm<sup>2</sup> (約400セル/in<sup>2</sup>)、または約47セル/cm<sup>2</sup> (約300セル/in<sup>2</sup>)を有するも

の、約31セル/cm<sup>2</sup> (約200セル/in<sup>2</sup>)を有するもの、約15セル/cm<sup>2</sup> (約100セル/in<sup>2</sup>)を有するものがあるが、本発明はこれらに限られたものではないことが理解されよう。これらのボディは好ましくは、焼成されたときにコージライトを形成する材料から作られるが、これに限られたものではない。触媒コンバータ用途の典型的な壁厚は、例えば、400セル/in<sup>2</sup> (62セル/cm<sup>2</sup>)のハニカムで約6ミル(約0.15mm)である。ウェブの厚さは典型的に約4から約25ミル(約0.1から約0.6mm)に亘る。上記ボディの外部寸法および形状は、例えばエンジンサイズ、搭載できる空間等の用途により制御される。一度所望の混合組成が調製されると、その組成物には第1の圧力まで可塑化と加圧の連続動作が施される。第1の圧力はギヤポンプの入力末端(2組以上が用いられる場合には第1のギヤポンプの入力末端)のギヤの歯を満たすのに十分である。第1の圧力は、材料の種類と押し出される製品の種類により相異なる。例えば、セラミック材料を押し出してハニカムを形成するために、典型的な第1の圧力は約300から約1000psiである。前記可塑化および第1の加圧はいくつかの方法により行なうことができる。一般的に、混合物を脱気して典型的に約500psiを加えられるあらゆる装置が適している。第1の加圧のいくつか適した方法をこれより記載するが、本発明はこれらに限られない。一実施態様によると、前記混合物はムラータイプのミキサまたは双腕ミキサ中で均質化されて可塑化される。この可塑化された混合物を次いで、通常「1軸押出機」と呼ばれる2段1軸脱気押出機に送り込む。図1は本発明の一実施例におけるギヤポンプに関する典型的な2段1軸押出機の配置を示すものである。1軸押出機の各段(10)はバレル(14a)と(14b)中のオーガスクリュー(12a)と(12b)からなる。前記可塑化された混合物はホッパー(16)のような装置を通じて前記押出機に導かれる。その押出機の第1段で、その混合物はオーガスクリュー(12a)によりすくわれバレル(14a)中で圧縮されてバレルの排出末端へと移動する。これにより真空シールを形成する。矢印により、前記押出機への導入口から前記ダイへの入り口へ向かう材料の方向を示す。次いでその混合物は、シュレッダー(図示しない)中で寸断され、または細断され、真空脱気室(18)に入り混合中に取り込まれた空気が除去される。この脱気された混合物は前記脱気室の底に落下し、そこで第2段スクリュー(12b)によりすくわれる。これにより、バレル(14b)中で前記材料が圧縮されてギヤポンプ(20)に入力するのに必要な圧力を発生させる。2段1軸押し出し機を通過した結果、前記混合物は圧縮され、寸断され、脱気され、圧縮されそして第1の圧力まで加圧される。別の実施態様によると、前記混合物は、この実施態様において押出機として機能する2軸ミキサ中で、均質化され、可塑化され、脱気されそして加圧される。図2は本発明の一実施例による典型的な2軸押出

機の配置を示すものである。2軸押出機(10)はバレル(14)中の2つの平行なスクリュー(12)からなる。これらのスクリューは、同方向回転でもまたは異方向回転でもよく、カミアイ(intermeshing)でもカミアイでなく(non-meshing)でもよいが、通常の実施においては同方向カミアイスクリューを有する。その混合物はホッパー(16)のような装置を通じて2軸ミキサに進入し、前記スクリューによりすくわれる。矢印により材料の流動方向を示す。2軸ミキサは、図2に示すように1つのギヤポンプが用いられる場合にはギヤポンプ(20)の入力側に、または2つ以上が持ちいられる場合には第1のギヤポンプの入力側に、第1の圧力を提供する。別の実施態様によると、前記混合物は、最初に2軸ミキサを、次いで第1の圧力を生じる1段1軸押し出し機を通過することにより、均質化され、可塑化され、脱気されそして加圧される。材料が前記2軸ミキサーから移送されるところの1軸押出機の入力末端において、真空に引いて取り込まれた空気を除去し、次いで前記材料を1軸押出機のバレルに沿って移送して、そこで圧縮し、加圧し、前記ギヤポンプに送り込む。本発明の目的によると、1軸と2軸ミキサーと室の配列が前記押出機であると考えられる。第1の加圧のされた混合物は次いで、混合物中の均質性と均一な粘度を保証することを目的としたギヤポンプを通過せしめられ、押出ダイへ移送される。ギヤポンプの典型的な配列を図1と2に示す。前記ギヤポンプは入力末端(22)と出力末端(24)とを有し、少なくとも1組のカミアイギヤ(26)(ギヤの一部を歯とともに示す)を含む。前記ギヤは互いに異方向に回転し、ハウジング(28)内に囲まれている。そのハウジングの内部はギヤポンプを通じての材料流動の経路を決定する。前記ハウジング内部の一部が前記ギヤの非カミアイ部の少なくとも一部の形状であることが好ましい。前記内部表面のこの部分と前記ギヤの非カミアイ部との間の間隔が非常に狭くて前記材料の逆流を妨げることが好ましい。第1の加圧された混合物がハウジングの入力末端を通じて前記ギヤポンプに進入し、ギヤの歯の間の空間に送り込まれる。その材料は前記ギヤの歯の間の空間ですくわれ、ギヤの異方向の回転によりハウジングを通じて排出側に運ばれて、そこでギヤのカミアイとともに排出される。上述したようなギヤポンプを通じての材料の通過により、前記押し出しダイを通じて該材料を押し出すのに必要な第2の圧力(押し出圧)を発生させる。前記材料が前記入力末端の各ギヤのギヤ歯の間の空間を通過するにつれ、そのギヤの歯は分離する。ギヤの組の異方向回転の動作は、そのギヤポンプを通じて出力末端まで材料を押し出す。その混合物は前記出力末端で再び結合し、供給装置のスクリューによりその材料を均質化しメモリを除去するのに役立つ。その材料圧を押し出圧まで上昇させる一方、そのスクリューからの圧力脈動を除去するのに役立つ。第1の圧力により、押し出圧は、押し出される材料の種類と製品

の種類、および用いられる押出ダイの種類といった要因による。例えば、厚い部分の単純な形状においては約数百psiである。ハニカムを形成するセラミック材料の押出しには、典型的な第2の圧力は、主にウェブの厚さにより約750 から約2500psiまたはそれより高くてもよい。1組のギヤを有するギヤポンプは市販されている。1つの典型的なギヤポンプは、ノーマグ社により製造されたモデルNo. 110xである。カミアイギヤとそのハウジングは、押出しに必要な圧力を生成できるいわゆる容積式ギヤポンプを形成する。前記材料が前記入力末端から前記出力末端へ通過するときに、ギヤ歯がともに噛みあってもどるよう移動する。その圧力は、ギヤ歯がともに会合する場所で材料が圧搾される事実により発生する。前記入力側でギヤ歯が開くときに、ボイドまたは真空が生じて材料をギヤ歯の間の空間へ吸い込ませる。こちら側の緩やかなまたは低い圧力（第1の圧力）がギヤ歯の間の空間を満たすのに役立つ。次いでその材料はギヤポンプを通じて移送され、ハウジングの内部表面と非カミアイギヤ部との間の密接した間隔により逆流するのが妨げられる。前記ギヤは種々の速度駆動モーターにより駆動される。これによりあらゆるギヤポンプのポンプ容量域が与えられる。送り込まれる容積は、ギヤの速度とほぼ線形の関係にある。前記出力圧力は、使用されるダイの種類または流動を制限するなにかの結果である。それゆえ、どのギヤ速度にとっても、圧力は異なるダイの種類により相異なる。また、前記ギヤポンプが所定のダイに異なる速度で運転される場合、より早い速度ではダイを通じて材料を押し出すのにより高い圧力が必要なので、圧力は相異なる。所定のギヤ速度で押し出された材料の量は、そのギヤポンプの入力側の第1の圧力にもかかわらず、比較的一定にとどまる。これが容積式ポンプと呼ばれる理由である。2軸押出機を用いた場合、2つのスクリュウのプロフィールは圧力を生じるというよりはむしろ混合を改善するために変更される。それは、ギヤポンプを用いない場合、2つのスクリュウは第2の圧力（押出し圧）を発生されるのに必要とされないからである。これにより、2軸押出機、それゆえ材料により少ないエネルギー入力しか要求しないので、より低い材料温度となる。押し出された製品の品質を最良にするために、前記ギヤポンプは材料のレオロジーにより種々の速度で運転される。図3は材料がギヤポンプを通過する前と後の材料中の圧力変動を時間とともに示したグラフである。グラフのセクションAは、2軸押出機より材料が排出されるときにの圧力変動を示す。本発明による改良の前は、この材料は直接押出ダイに通じていた。圧力の広い変動は、前述したように押し出された製品における不均質となる。セクションBは、押出ダイに入る前にギヤポンプを通過する材料中の圧力変動を示す。この図に示された2つの圧力プロット、AおよびBは、2軸ミキサと装着されたダイを有するギヤポンプの操作中に同時に

行なったものである。この材料中にはそれほどの圧力変動がないことが分かる。これにより押出製品に与える効果は、均一な寸法の製品を製造する限り、非常に実用的である。本発明の一実施例によると、混合物が連続した各ギヤポンプの入力および出力末端を通過して最終的に押出ダイに到達するように2つ以上のギヤポンプが連続して配されていてもよい。別の実施態様によると、各ギヤポンプは2組以上のギヤを有することができる。材料が、1組に亘るギヤ歯の間の空間内、その後の次の連続した組に亘るギヤ歯を通過するように、ギヤの組はそれぞれのハウジング内で連続している。離れたハウジング中にあることに対して1つのハウジング中に多数の組を有する利点は、1つのハウジングに要求されるハードウェアがより少ないからである。多数のギヤの組を有するギヤポンプにおいて、トランスデューサーのような圧力モニタ装置は、その点の圧力をモニタするために隣接するギヤの組の間に配される。各ギヤの組は、各組の速度が別々に調整されるように別々に搭載されている。前記ギヤの組は同一平面（コプレーナ co-planar）に配置できる。それらのギヤの組ではあるものは回転してもよく、最も典型的には互いに90°の角度で回転してもよい。互いに回転した組を有する利点は、押出機の装填スクリュウによりバッチメモリ中の均質化と除去をさらに向上させることである。本発明は、用いられるギヤポンプの数、または各ギヤポンプの部分であるギヤの組数またはそれぞれのギヤの組の特定の方向に限定されるものではない。用途により、どの方向のどの適切な数のギヤの組を有するどの数のギヤポンプをも用いることができる。2組以上のギヤを有することの利点の1つは、2組以上のギヤが別々のギヤポンプとして、または同一のハウジング中に連続して配置された場合、押出圧を提供する最初の入力から出力への差異圧力がそのギヤ組間に配分される。実例として、例えば、ギヤポンプへの入力圧（第1の圧力）が約500 psiであり、押出し圧（第2の圧力）が約2500psiである場合、圧力差異は約2000psiである。2組のギヤを連続して用いる場合、各ギヤの組の圧力差異はギヤの組に亘って供給される。それゆえ、より高い圧力が他段階のギヤの組によって得られる。これによって、押出操作を行なう際により全体的な柔軟性を生じることとなる。本発明はギヤ歯配置の種類に限られない。しかしながら、最も典型的にそのギヤ歯は、ヘリカル、平またはヘリングボーンである。どの種類のギヤ歯設計も本発明の実施に際して作用するが、ヘリカルギヤ歯は、そのギヤ歯がともに噛み合うので混合物を連続的に排出し、材料は各歯が互いの歯と噛み合う一端から始まりギヤが回転するにつれて他端のギヤまで進んで各セグメントから排出される。1つのセグメントがほとんど閉鎖した場合、（材料を供給し終わって）次のセグメントが閉じ始める。これにより材料の滑らかな連続流動が行なわれる。所定の組のギヤを用いる場合、ギヤ歯

の種類は同一であり互いに噛み合うことを確保しなければならない。しかしながら、ギヤ歯の種類が異なる限りギヤの組は互いに異なる。しかし、実際の観点からは、全てのギヤが同種の歯を有することが通常実際である。次いで第2の加圧混合物はダイから押し出されて未乾燥のボディを形成する。そのダイはボディの所望の形状によりいかなる配置も取り得る。例えば、ある所望の形状はハニカムの形状であり、ハニカムの押出しに用いられるどのようなダイも用いられる。その未乾燥のボディは次いで乾燥せしめられ、濃密化し (densify) 前記混合物成分を反応させるために既知の方法により焼成して所望の製品を形成できる。

【実施例】以下、本発明を詳細に説明するために実施例を掲げるが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。全ての部、部分およびパーセンテージは、他に記載のない限り重量である。

【実施例1】以下は、押出機としての2軸ミキサーと連結したギヤポンプおよび製品としてのセラミックハニカム構造を製造するダイを用いて粉末混合物を加工する工程の実施例である。この構造は、通常触媒の媒体として用いられる。上記混合物は、一度ハニカム形状に形成され焼成された場合にコージーライトを形成するようなセラミック原材料、押出助剤および水から作られる。その粉末混合物は、約41部のタルク (ファイザータルク95-97)、約15部のカオリン (ジョージア カオリン ハイドライト MP)、約26-27 部の焼カオリン (ジョージア カオリン グロマックス LL)、約15部のアルミナ (アルカンアルミナC-701)、約2部のシリカ (イムシルシリカA-25)、結合剤として約3部のメチルセルローズ (ダウ メトセル)、約30部の水、好ましくは脱イオン水から作られる。上記組成は、所望の特性、例えばレオロジー的特性によりいくぶん変更できる。これらの組成物は次いでリトルブレンダのようなミキサ中で乾燥混合せしめられて均質な混合を提供する。次いで水がこのブレンダ中に即座に吹き付けることにより加えられ均一に分散せしめられる。水を加える時間は、湿った混合物が圧縮と可塑性しないように短い (約2分) ものである。この時点で、上記混合物は湿った粉末の形状である。次いでその混合物を一定速度で2軸ミキサ中に装填するが、この場合スクリュウは同方向回転でカミアイである。その2軸ミキサは上記混合物を受けるとこれを混合し、スクリュウで移動させながら可塑性化する。その混合物は圧縮されて真空シールを形成し、ベント区域で脱気されて再び操作されて再圧縮され、そしてギヤポンプへ送り込まれる。2軸ミキサからの出力圧力はギヤポンプの入力側のギヤ歯の間の空間を満たすのに十分な約300-500psiの範囲にある。そのギヤ歯はヘリカルであり、そのギヤは異方向回転でカミアイである。このギヤポンプからの出力は次いで移行区域を通じ、前記材料が通過するときに所望のセルラ構造を形成するダイに到達す

る。このギヤポンプは、上記混合物を上記ダイを通じて押し出すのに必要な圧力を発達させる。この場合、その圧力は約2000-2500psiである。押し出された形状は、約400セル/in<sup>2</sup> (約62セル/cm<sup>2</sup>) のセルラ (ハニカム) 構造である。形成され焼成された形状の、多孔度、強度および熱膨脹のような特性は、ラムまたはアーガタイプの押出機またはギヤポンプをそれ自身で有さない2軸ミキサのようなより伝統的な工程を用いて製造された類似の製品の特性と本質的に同一である。本発明によりギヤポンプを用いた場合、その製品は、ギヤポンプを有さない圧力発生装置として用いられたときのオーガスクリュウからの、または2軸ミキサフィーダの2つのスクリュウからのメモリの影響を示さない。物理的寸法はより均一である。波打つウェブ、クラックまたは亀裂のような押出欠点は徹底的に減少した。

【実施例2】ギヤ歯が平タイプのものについて実施例1の工程を行なう。実施例1に記載した利点が実現された。上記実施例により、ギヤポンプは、通常の押出問題のいくつかを除去する一方、製品の特性に有害な影響、すなわち製品それ自身の製品構造の不均質およびダイに装填された不均質な材料から生じる製品から製品への製品構造の不均質、を与えることなく用いることができる。

【実施例3】もう1つの取組みにおいて、材料がギヤポンプに入る前にその材料を圧縮し脱気するのに押出機を用いる場合の2段1軸押出機の出口にギヤポンプを用いる。上記混合物は、双腕ミキサまたはムーラータイプミキサを用いた2段押出機に入る前に可塑性化される。その材料は、低いが上記ギヤポンプに装填されるのに十分な圧力で押出機から排出される。そこより前述した実施例のようにダイを通じて押し出される。

【実施例4】材料が2つのギヤポンプを順に通過するようにしたこと以外は実施例1と同様の工程を行なう。ギヤの速度は、圧力が連続して発生されて製品を形成するのに要求される押出圧に達するように調整される。

【実施例5】材料を2組のギヤを有する1つのギヤポンプを通過させる以外は実施例1と同様の工程を行なう。ギヤの速度は、圧力が発生されて製品を形成するのに要求される押出圧に達するように調整される。説明のための特定実施例に基づいて本発明を詳細に記載したが、本発明は添付した請求項から逸脱するものでなく、またこれらの実施例に限定されるものでもない。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例におけるギヤポンプに関する典型的な2段1軸押出機の配置を示した説明図

【図2】本発明の一実施例におけるギヤポンプに関する典型的な2軸押出機の配置を示した説明図

【図3】可塑性セラミック粉末の押出工程において材料をギヤポンプを通過させた前と後の圧力変動を示すグラフ

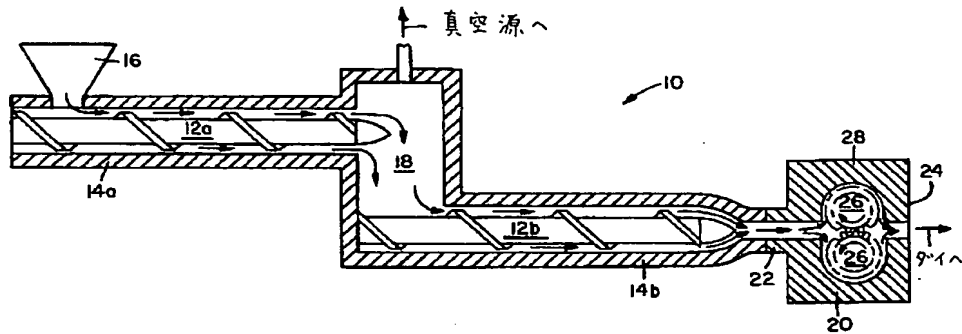
## 【符号の説明】

- 10 2段1軸押出機  
 12 スクリュー  
 14 バレル  
 16 ホッパー  
 18 真空脱気室

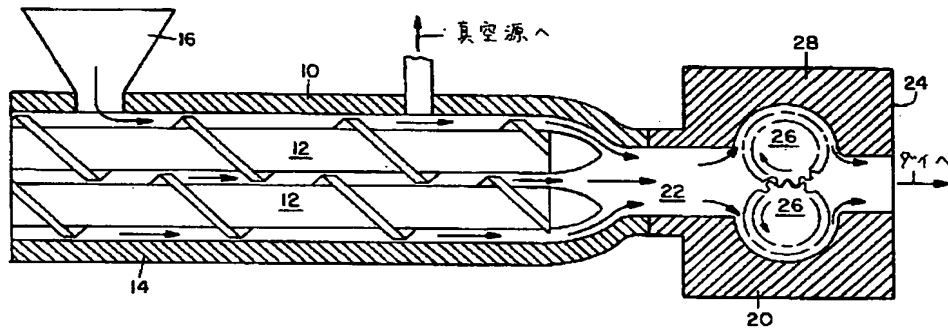
- \* 20 ギヤポンプ  
 22 入力末端  
 24 出力末端  
 26 カミアイギヤ  
 28 ハウジング

\*

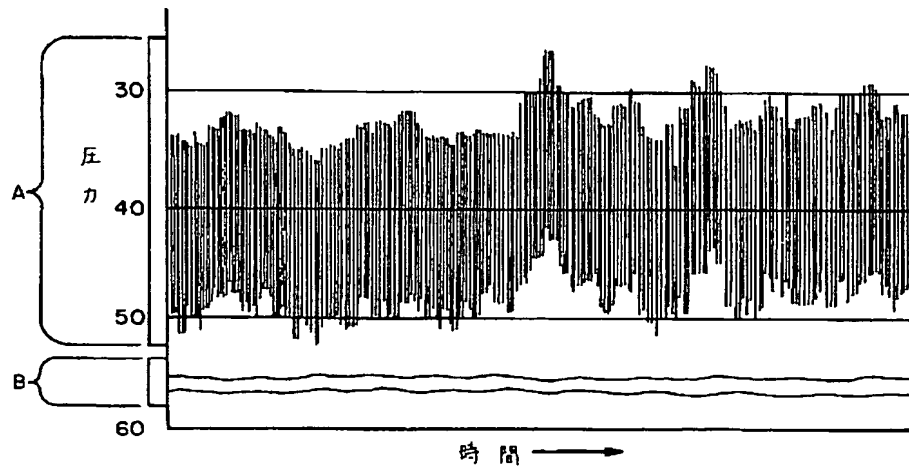
【図1】



【図2】



【図3】





## 【手続補正書】

【提出日】平成4年11月18日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】粉末材料の押出成形方法および装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 粉末材料を押し出して製品を形成する方法において、前記粉末材料がビヒクルを含む混合物の形状で提供され、押出機中を該材料を通過させ次いでダイ中を通過させる工程を含み、前記材料が前記押出機より排出された後で前記ダイに入る前に前記材料を1組以上のギヤを有するギヤポンプを通過させる工程を含み、前記1つのギヤポンプが2組以上のギヤを有する場合、該ギヤの組が前記材料の流動に関して連続的に配されていることを特徴とする押出し成形方法。

【請求項2】 前記1つのギヤポンプが1組のギヤを有することを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項3】 前記1つのギヤポンプが2組以上のギヤを有することを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項4】 前記1つのギヤポンプが2組のギヤを有することを特徴とする請求項3記載の方法。

【請求項5】 前記材料が前記1つのギヤポンプより排出された後で前記ダイに入る前に前記材料を1組以上のギヤを有する少なくとも1つの追加のギヤポンプを通過させる追加の工程を含み、前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組以上のギヤを有する場合、該ギヤの組が前記材料の流動に関して連続的に配されていることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項6】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが1組のギヤを有することを特徴とする請求項5記載の方法。

【請求項7】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組以上のギヤを有することを特徴とする請求項5記載の方法。

【請求項8】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組のギヤを有することを特徴とする請求項7記載の方法。

【請求項9】 前記粉末材料が、セラミック材料、ガラス、ガラスセラミック材料、金属、金属合金、サーメット、単体の炭素、有機材料およびそれらの組合せからなる群より選択されることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項10】 前記粉末材料がセラミック材料であることを特徴とする請求項9記載の方法。

【請求項11】 前記セラミック材料が、重量パーセン

トで表わして、約33から約41%の酸化アルミニウム、約46から約53%のシリカ、および約11から約17%の酸化マグネシウムから実質的になる組成を有することを特徴とする請求項10記載の方法。

【請求項12】 前記混合物中の前記粉末材料の含有量が少なくとも約45体積%であることを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項13】 前記混合物中の前記粉末材料の含有量が少なくとも約50体積%であることを特徴とする請求項12記載の方法。

【請求項14】 前記ギヤが、平、ヘリックスおよびヘリングボーンから選択される歯形状を有することを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項15】 前記ギヤの歯がヘリックス形状であることを特徴とする請求項14記載の方法。

【請求項16】 前記製品がハニカム構造を有することを特徴とする請求項1記載の方法。

【請求項17】 粉末材料を押し出して製品を形成するのに適した装置であって、該装置が押出機とダイを含み、前記粉末材料が該押出機を通過して次いで前記ダイを通過し、該粉末材料がビヒクルを含む混合物の形状で提供され、前記押出機と前記ダイとの間に1つのギヤポンプを有し、これにより前記粉末材料が前記押出し機より排出され前記ダイに入る前に2組以上のギヤを有する前記ギヤポンプを通過し、前記ギヤの組が前記材料の流動に関して連続的に配されていることを特徴とする装置。

【請求項18】 前記1つのギヤポンプが1組のギヤを有することを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項19】 前記1つのギヤポンプが2組以上のギヤを有することを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項20】 前記1つのギヤポンプが2組のギヤを有することを特徴とする請求項19記載の装置。

【請求項21】 前記1つのギヤポンプと前記ダイとの間に少なくとも追加のギヤポンプを含み、これにより前記粉末材料が前記1つのギヤポンプより排出された後で前記ダイに入る前に1組以上のギヤを有する前記少なくとも1つの追加のギヤポンプを通過し、前記少なくとも1つのギヤポンプが2組以上のギヤを有する場合、該ギヤの組が前記材料の流動に関して連続的に配されていることを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項22】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが1組のギヤを有することを特徴とする請求項21記載の装置。

【請求項23】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組以上のギヤを有することを特徴とする請求項21記載の装置。

【請求項24】 前記少なくとも1つの追加のギヤポンプが2組のギヤを有することを特徴とする請求項23記載

載の装置。

【請求項25】 前記粉末材料が、セラミック材料、ガラス、ガラスセラミック材料、金属、金属合金、サメット、単体の炭素、有機材料およびそれらの組合せからなる群より選択されることを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項26】 前記粉末材料がセラミック材料であることを特徴とする請求項25記載の装置。

【請求項27】 前記セラミック材料が、重量パーセントで表わして、約33から約41%の酸化アルミニウム、約46から約53%のシリカ、および約11から約17%の酸化マグネシウムから実質的になる組成を有することを特徴とする請求項26記載の装置。

【請求項28】 前記混合物中の前記粉末材料の含有量が少なくとも約45体積%であることを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項29】 前記混合物中の前記粉末材料の含有量が少なくとも約50体積%であることを特徴とする請求項28記載の装置。

【請求項30】 前記ギヤが、平、ヘリックスおよびヘリングボーンから選択される歯形状を有することを特徴とする請求項17記載の装置。

【請求項31】 前記ギヤの歯がヘリックス形状であることを特徴とする請求項30記載の装置。

【請求項32】 前記製品がハニカム構造を有することを特徴とする請求項17記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は粉末材料を押し出して製品を製造する方法における改良に関するものである。この方法はビヒクルを含む混合物の形態の材料を、押出機中を次いでダイ中を通過させる工程と、改良点としてその材料がダイに入る前にギヤポンプを通過させる工程とを含む。本発明に用いられるギヤポンプという用語は、ハウジング中に1組以上の連続したギヤを有するギヤポンプを称し、あるいは連続に配された2組以上のものを称する。そのギヤポンプの使用は、押出工程を安定化させ、制御するのに役立つ。ギヤポンプの使用により、ギヤポンプの入力末端から出力末端までの材料において高圧差異を生じさせることができる。それゆえ、高充填系を滑らかに押し出して均一で高品質の製品を形成できる。

【0002】

【従来の技術】 触媒の支持に用いられる、例えばセラミックハニカムのような粉末材料の充填系の押出しにおいて、その材料に押出ダイを通過させるために非常に大きな圧力が要求される。現在、これは水圧ラム押出プレスにより、または2段脱気1軸オーガ押出機、または排出末端に備えられたダイアセンブリとともに2軸スクリュミキサにおいて達成されている。後者において、そ

の適切なスクリュ部分は、そのパッチ材料にそのダイを通過させるのに十分な圧力を発生させるために材料および他の工程の条件により選ばれる。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 これらの圧力発生装置に関し、特にセラミック材料の押出しにおいて欠点がある。例えば、ラム押出機の場合、その工程は間欠性のものであり、材料中の不均質物質を除去する手段がない。また、押出機に新たに材料のチャージを装填する際に、境界面が残存する材料と新しいチャージとの間に形成される。これは材料中に欠点を生じさせる。1軸スクリュ押出機の場合には、材料はプラグ流動中で動き、その材料がスクリュと押出機の壁面に接触する際に材料は相当なせん断に遭遇する。ダイが直接1軸スクリュに取り付けられている場合には、レオロジー差異のため材料はダイの面を横切って異なるように押し出される。押出機として用いられる2軸スクリュミキサにおいて、この効果は減少せしめられる。しかしながら、両方の種類の押出機において、スクリュから排出されるパッチのために圧力の脈動が生じる。この脈動は押出片の品質に影響する。1軸スクリュ押出機の場合には、薄壁セルラ構造を押し出すのに必要な高圧を生じるのが困難である。2軸スクリュミキサは必要な圧力を生じることができるが、高圧によりスクリュ部分とバレル壁に相当な摩損を生ぜしめる。また、2軸スクリュミキサにおいて圧力を発生させるのに必要な作業入力、パッチの押出特性を変えるパッチ温度を上昇させる。スクリュメモリ(screw memory)と脈動を克服する努力において、押出機とダイとの間にオリフィスがしばしば用いられる。これは効果的である一方、押出機からの圧力の増大を必要とし、スクリュチップから脈動を除去しない。

【0004】 それゆえ、高圧が容易に発生でき、同時に上述した欠点が除去され、押出条件が安定化して制御され、例えばハニカムのような高品質の製品を矛盾せずに製造する粉末材料の押出し工程を改良することが有効である。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明の1つの特徴によると、粉末材料を押し出して製品を形成する方法において、その方法は材料を押出機中を通過させて次いでダイを通過させる工程を含み、その材料はビヒクルを含む混合物の形態で供給されるものであり、改良点として材料が前記押出機より排出された後で前記ダイに入る前にその材料を1つのギヤポンプを通過させる工程を含む。そのギヤポンプは1組以上のギヤを有する。そのギヤポンプが2組以上のギヤを有する場合には、そのギヤの組は互いに隣接して材料の流動に関して連続して配される。

【0006】 その材料はダイに入る前に、連続する1つ以上の追加のギヤポンプを通過することもできる。

【0007】本発明の別の特徴によると、粉末材料を押し出して製品を形成するのに適した装置において、その装置は押出機とダイを含み、その粉末材料が押出機中を通過して次いでダイを通過し、その材料はビヒクルを含む混合物の形態で供給されるものであり、改良点として押出機とダイとの間に1つのギヤポンプを有し、これによりその粉末材料が前記押出機より排出される後で前記ダイに進入する前にその材料が前記ギヤポンプを通過する。そのギヤポンプは1組以上のギヤを有する。そのギヤポンプに2組以上のギヤがある場合には、それらギヤは材料の流動に関して連続的に配される。

【0008】上記装置は、前記材料がダイに進入する前に通過する1つ以上の追加の連続したギヤを有することができる。

【0009】本発明は粉末材料の押出方法における改良を提供し、その方法は前記材料を押出機中を次いでダイ中を通過させて製品またはボディを形成するものである。その材料はビヒクルを含む混合物の形態で提供される。改良は、前記材料が押出機より排出された後でダイに入る前にその材料がギヤポンプを通過するように押出機とダイとの間に配置されたギヤポンプにある。この場合、材料は押出機からギヤポンプを通じてダイへと通過する。そこには2つ以上のギヤポンプがあってもよい。2つ以上のギヤポンプが用いられる場合には、それらギヤポンプは、材料が各ギヤポンプを連続して通過するように互いに連続して配される。

【0010】その改良は、連続的な粉末材料の押出しのための安定して制御された工程の利点を提案している。そのギヤポンプは、押出しが脈動なく滑らかに行なわれるように材料中に高圧を発生させる。ボディ内の連続または均一な断面により証明されるように、均一な大きさや形状の製品が製造される。これらの改良はハニカムのような複雑な形状においてさえも明白である。現在まで、ギヤポンプは、本発明における高充填粉末材料の押出しには用いられていなかった。押出しは、ギヤポンプを用いない工程においてよりも、バッチがダイに近付くときのバッチ内のより低い温度そして減少した温度勾配で行なわれる。押出操作に亘る材料の温度は粉末混合物中のビヒクル／結合剤系のゲル化点よりも低い。

【0011】粉末／ビヒクル混合物中では、粉末材料は比較的そのビヒクルには不溶解性でなければならない。典型的な粉末材料は、セラミック材料、ガラス、ガラスセラミック材料、金属、金属合金、サーメット、単体の炭素、有機材料およびそれらの組合せである。混合物の金属または金属／合金の種類の1つは、Fe、CrおよびAl金属および／または金属合金の混合物であり、その他の金属、合金または酸化物等の種々の添加物もこれに含まれるが、本発明はこれらに限られたものではないことが理解されよう。ハニカムはこの種の混合物から押し出される典型的な形状である。セラミック材料は特に

本発明の実施に適している。本発明によるセラミック材料は、セラミックに加え、焼成してセラミックを形成する原材料を含む。

【0012】前記ビヒクルは、水または適切な有機物のような湿った混合物を形成するいかなる材料でもよい。可塑剤は用途により多くの有機材料から選択できる。

【0013】例えば、セラミック粉末とともに用いられる適切な可塑剤は、メチルセルロースまたはポリビニルアルコールである。解こう剤、潤滑剤、湿潤剤等の他の押出助剤も混合物の組成により必要であれば含有できる。典型的な混合物の組成のいくつかは、反応したときにコージライトを形成するような粘土、タルク、アルミナ、ムライトの組合せである。これらの混合物は高充填されている。

【0014】本発明の実施によると、高充填とは混合物中の液体に対する固体の含有量が高いことを示すものである。例えば、混合物中の粉末材料の含有量は、典型的に少なくとも約45体積％であり、最も典型的には少なくとも約50体積％である。

【0015】コージライト形成バッチの組成を有する高充填混合物の例のいくつかは、水の約30重量部に対して粉末の約100重量部、または粉末の約77重量％、そして水の約23重量％である。この組成物の粉末の比重は平均で約2.5である。体積という用語において、典型的な組成は、粉末の約30体積部と水の約23体積部、または粉末の約57体積％と水の約43体積％である。

【0016】好適な実施例によると、焼成によりコージライトを根本的に形成するある組成は、重量パーセントで表わして、約33から約41％の、最も好ましくは約34から約40％の酸化アルミニウム、約46から約53％の、最も好ましくは約48から約52％のシリカ、および約11から約17％の、最も好ましくは約12から約16％の酸化マグネシウムであるが、本発明はこれらに限られたものではないことが理解されよう。その成分は排他的ではなく典型的に、ジョージア カオリン ハイドライト MP原料粘土、ジョージア カオリン グロマックス LL焼成粘土、ファイザータルク、およびアルカン C-701 アルミナのような粘土、タルクおよびアルミナとして供給される。この組成物は、ダウ A4M メトセル<sup>®</sup>のようなメチルセルロースおよびステアリン酸ナトリウムのような界面活性剤（湿潤剤）とともに乾燥混合される。粉末材料は、その成分のうちある成分が水のようなビヒクルとともに混合されたときに、粘土のように塑性を与えることができるか、あるいはメチルセルロースまたはポリビニルアルコールのような有機材料と組み合わせられたときに、塑性に帰することができる微粒子（粗い粒の材料と対称的に）であることが好ましい。典型的にこの種の組成物においては、コージライト形成粉末成分のバルクは、直径で約1ミクロンから約15ミクロンの範囲に亘り、直径で約1ミクロン未満の薄片を含む粘土と、直径

で15ミクロンより大きな粒子を有するアルミナおよびタルクとをともに含む。上記粉末は、酸化物、水酸化物等のような合成により製造された材料であり、あるいは粘土、タルクまたはこれらの組合せのような自然に生じた鉱物である。本発明の特別な関心は、セルラ構造またはハニカムの形状で押し出され、焼成によりコージライトボディを製造する材料にある。

【0017】金属または金属合金混合物が上述したように用いられる場合、メチルセルロースまたはポリビニルアルコールのような結合剤を含むことが都合よい。有機酸、例えばオレイン酸のような酸化を防ぐ助剤を含むことが特に都合よい。水は典型的にビヒクルとして用いられる。

【0018】本発明により与えられた改良は、押出方向に対して垂直に切断したときに一定の断面を有するボディ中の改善された寸法制御にある。本発明によるボディは都合のよい大きさと形状を有する。しかしながら、前記工程は、ハニカム、特にコージライトハニカムのようなセルラボディの製造に特に適している。セルラセラミックは、触媒担体、ディーゼル粒子フィルタ、溶融金属フィルタのようなフィルタ、蓄熱器のコアなどのような数多くの用途に用いられることが分かっている。本発明の工程により製造されたハニカムのいくつかの例は、約94セル/cm<sup>2</sup>（約600セル/in<sup>2</sup>）、約62セル/cm<sup>2</sup>（約400セル/in<sup>2</sup>）、または約47セル/cm<sup>2</sup>（約300セル/in<sup>2</sup>）を有するもの、約31セル/cm<sup>2</sup>（約200セル/in<sup>2</sup>）を有するもの、約15セル/cm<sup>2</sup>（約100セル/in<sup>2</sup>）を有するものがあるが、本発明はこれらに限られたものではないことが理解されよう。これらのボディは好ましくは、焼成されたときにコージライトを形成する材料から作られるが、これに限られたものではない。触媒コンバータ用途の典型的な壁厚は、例えば、400セル/in<sup>2</sup>（62セル/cm<sup>2</sup>）のハニカムで約6ミル（約0.15mm）である。ウェブの厚さは典型的に約4から約25ミル（約0.1から約0.6mm）に亘る。上記ボディの外寸寸法および形状は、例えばエンジンサイズ、搭載できる空間等の用途により制御される。

【0019】一度所望の混合組成が調製されると、その組成物には第1の圧力まで可塑化と加圧の連続動作が施される。第1の圧力はギヤポンプの入力末端（2組以上が用いられる場合には第1のギヤポンプの入力末端）のギヤの歯を満たすのに十分である。第1の圧力は、材料の種類と押し出される製品の種類により相異なる。例えば、セラミック材料を押し出してハニカムを形成するために、典型的な第1の圧力は約300から約1000psiである。

【0020】前記可塑化および第1の加圧はいくつかの方法により行なうことができる。一般的に、混合物を脱気して典型的に約500psiを加えられるあらゆる装置が適している。第1の加圧のいくつか適した方法をこれよ

り記載するが、本発明はこれらに限られない。

【0021】一実施態様によると、前記混合物はムラタイプのミキサまたは双腕ミキサ中で均質化されて可塑化される。この可塑化された混合物を次いで、通常「1軸押出機」と呼ばれる2段1軸脱気押出機に送り込む。図1は本発明の一実施例におけるギヤポンプに関する典型的な2段1軸押出機の配置を示すものである。1軸押出機の各段(10)はバレル(14a)と(14b)中のオーガスクリュー(12a)と(12b)からなる。前記可塑化された混合物はホッパー(16)のような装置を通じて前記押出機に導かれる。その押出機の第1段で、その混合物はオーガスクリュー(12a)によりすくわれバレル(14a)中で圧縮されてバレルの排出末端へと移動する。これにより真空シールを形成する。矢印により、前記押出機への導入口から前記ダイへの入り口へ向かう材料の方向を示す。次いでその混合物は、シュレッター（図示しない）中で寸断され、または細断され、真空脱気室(18)に入り混合中に取り込まれた空気が除去される。この脱気された混合物は前記脱気室の底に落下し、そこで第2段スクリュー(12b)によりすくわれる。これにより、バレル(14b)中で前記材料が圧縮されてギヤポンプ(20)に入力するのに必要な圧力を発生させる。2段1軸押し機を通過した結果、前記混合物は圧縮され、寸断され、脱気され、圧縮されそして第1の圧力まで加圧される。

【0022】別の実施態様によると、前記混合物は、この実施態様において押出機として機能する2軸ミキサ中で、均質化され、可塑化され、脱気されそして加圧される。図2は本発明の一実施例による典型的な2軸押出機の配置を示すものである。2軸押出機(10)はバレル(14)中の2つの平行なスクリュー(12)からなる。これらのスクリューは、同方向回転でもまたは異方向回転でもよく、カミアイ（intermeshing）でもカミアイでなく（non-meshing）でもよいが、通常の実施においては同方向カミアイスクリューを有する。その混合物はホッパー(16)のような装置を通じて2軸ミキサに進入し、前記スクリューによりすくわれる。矢印により材料の流動方向を示す。2軸ミキサは、図2に示すように1つのギヤポンプが用いられる場合にはギヤポンプ(20)の入力側に、または2つ以上が持ちいられる場合には第1のギヤポンプの入力側に、第1の圧力を提供する。

【0023】別の実施態様によると、前記混合物は、最初に2軸ミキサを、次いで第1の圧力を生じる1段1軸押し機を通過することにより、均質化され、可塑化され、脱気されそして加圧される。材料が前記2軸ミキサから移送されるところの1軸押出機の入力末端において、真空に引いて取り込まれた空気を除去し、次いで前記材料を1軸押出機のバレルに沿って移送して、そこで圧縮し、加圧し、前記ギヤポンプに送り込む。本発明の目的によると、1軸と2軸ミキサと室の配列が前記押出機であると考えられる。

【0024】第1の加圧のされた混合物は次いで、混合物中の均質性と均一な粘度を保証することを目的としたギヤポンプを通過せしめられ、押出ダイへ移送される。ギヤポンプの典型的な配列を図1と2に示す。前記ギヤポンプは入力末端(22)と出力末端(24)とを有し、少なくとも1組のカミアイギヤ(26)（ギヤの一部を歯とともに示す）を含む。前記ギヤは互いに異方向に回転し、ハウジング(28)内に囲まれている。そのハウジングの内部はギヤポンプを通じての材料流動の経路を決定する。前記ハウジング内部の一部が前記ギヤの非カミアイ部の少なくとも一部形状であることが好ましい。前記内部表面のこの部分と前記ギヤの非カミアイ部との間の間隔が非常に狭くて前記材料の逆流を妨げることが好ましい。第1の加圧された混合物がハウジングの入力末端を通じて前記ギヤポンプに進入し、ギヤの歯の間の空間に送られる。その材料は前記ギヤの歯の間の空間ですくわれ、ギヤの異方向の回転によりハウジングを通じて排出側に運ばれて、そこでギヤのカミアイとともに排出される。上述したようなギヤポンプを通じての材料の通過により、前記押出ダイを通じて該材料を押し出すのに必要な第2の圧力（押出圧）を発生させる。

【0025】前記材料が前記入力末端の各ギヤのギヤ歯の間の空間を通過するにつれ、そのギヤの歯は分離する。ギヤの組の異方向回転の動作は、そのギヤポンプを通じて出力末端まで材料を押し出す。その混合物は前記出力末端で再び結合し、供給装置のスクリューによりその材料を均質化しメモリを除去するのに役立ち、その材料圧を押し出圧まで上昇させる一方、そのスクリューからの圧力脈動を除去するのに役立つ。第1の圧力により、押出圧は、押し出される材料の種類と製品の種類、および用いられる押出ダイの種類といった要因による。例えば、厚い部分の単純な形状においては約数百psiである。ハニカムを形成するセラミック材料の押し出しには、典型的な第2の圧力は、主にウェブの厚さにより約750から約2500psiまたはそれより高くてもよい。1組のギヤを有するギヤポンプは市販されている。1つの典型的なギヤポンプは、ノーマグ社により製造されたモデルNo. 110xである。カミアイギヤとそのハウジングは、押し出しに必要な圧力を生成できるいわゆる容積式ギヤポンプを形成する。前記材料が前記入力末端から前記出力末端へ通過するときに、ギヤ歯がともにかみあってもどるよう移動する。その圧力は、ギヤ歯がともに出会う場所で材料が圧搾される事実により発生する。前記入力側でギヤ歯が開くときに、ボイドまたは真空が生じて材料をギヤ歯の間の空間へ吸い込ませる。こちら側の緩やかなまたは低い圧力（第1の圧力）がギヤ歯の間の空間を満たすのに役立つ。次いでその材料はギヤポンプを通じて移送され、ハウジングの内部表面と非カミアイギヤ部との間の密接した間隔により逆流するのが妨げられる。前記ギヤは種々の速度駆動モーターにより駆動され

る。これによりあらゆるギヤポンプのポンプ容量域が与えられる。送り込まれる容積は、ギヤの速度とほぼ線形の関係にある。前記出力圧力は、使用されるダイの種類または流動を制限するなにかの結果である。それゆえ、どのギヤ速度にとっても、圧力は異なるダイの種類により相異なる。また、前記ギヤポンプが所定のダイに異なる速度で運転される場合、より早い速度ではダイを通じて材料を押し出すのにより高い圧力が必要なので、圧力は相異なる。所定のギヤ速度で押し出された材料の量は、そのギヤポンプの入力側の第1の圧力にもかかわらず、比較的一定にとどまる。これが容積式ポンプと呼ばれる理由である。

【0026】2軸押出機を用いた場合、2つのスクリーンのプロフィールは圧力を生じるというよりはむしろ混合を改善するために変更される。それは、ギヤポンプを用いない場合、2つのスクリーンは第2の圧力（押し出し圧）を発生されるのに必要とされないからである。これにより、2軸押出機、それゆえ材料により少ないエネルギー入力しか要求しないので、より低い材料温度となる。

【0027】押し出された製品の品質を最良にするために、前記ギヤポンプは材料のレオロジーにより種々の速度で運転される。

【0028】図3は材料がギヤポンプを通過する前と後の材料中の圧力変動を時間とともに示したグラフである。グラフのセクションAは、2軸押出機より材料が排出されるときにの圧力変動を示す。本発明による改良の前は、この材料は直接押出ダイに通じていた。圧力の広い変動は、前述したように押し出された製品における不均質となる。セクションBは、押出ダイに入る前にギヤポンプを通過する材料中の圧力変動を示す。この図に示された2つの圧力プロット、AおよびBは、2軸ミキサと装着されたダイを有するギヤポンプの操作中に同時に行なったものである。この材料中にはそれほど圧力変動がないことが分かる。これにより押出製品に与える効果は、均一な寸法の製品を製造する限り、非常に実用的である。

【0029】本発明の一実施例によると、混合物が連続した各ギヤポンプの入力および出力末端を通過して最終的に押出ダイに到達するように2つ以上のギヤポンプが連続して配されていてもよい。

【0030】別の実施態様によると、各ギヤポンプは2組以上のギヤを有することができる。材料が、1組に亘るギヤ歯の間の空間内、その後の次の連続した組に亘るギヤ歯を通過するように、ギヤの組はそれぞれのハウジング内で連続している。離れたハウジング中にあることに対して1つのハウジング中に多数の組を有する利点は、1つのハウジングに要求されるハードウェアがより少ないからである。多数のギヤの組を有するギヤポンプにおいて、トランスデューサーのような圧力モニタ装置

は、その点の圧力をモニタするために隣接するギヤの組の間に配される。各ギヤの組は、各組の速度が別々に調整されるように別々に搭載されている。

【0031】前記ギヤの組は同一平面（コプレーナ coplanar）に配置できる。それらのギヤの組ではあるものは回転してもよく、最も典型的には互いに90°の角度で回転してもよい。互いに回転した組を有する利点は、押出機の装填スクリュウによりバッチメモリ中の均質化と除去をさらに向上させることである。本発明は、用いられるギヤポンプの数、または各ギヤポンプの部分であるギヤの組数またはそれぞれのギヤの組の特定の方向に限定されるものではない。用途により、どの方向のどの適切な数のギヤの組を有するどの数のギヤポンプをも用いることができる。

【0032】2組以上のギヤを有することの利点の1つは、2組以上のギヤが別々のギヤポンプとして、または同一のハウジング中に連続して配置された場合、押出圧を提供する最初の入力から出力への差異圧力がそのギヤ組間に配分される。実例として、例えば、ギヤポンプへの入力圧（第1の圧力）が約500 psiであり、押出し圧（第2の圧力）が約2500psiである場合、圧力差異は約2000psiである。2組のギヤを連続して用いる場合、各ギヤの組の圧力差異はギヤの組に亘って供給される。それゆえ、より高い圧力が他段階のギヤの組によって得られる。これによって、押出操作を行なう際により全体的な柔軟性を生じることとなる。

【0033】本発明はギヤ歯配置の種類に限られない。しかしながら、最も典型的にそのギヤ歯は、ヘリカル、平またはヘリングボーンである。どの種類のギヤ歯設計も本発明の実施に際して作用するが、ヘリカルギヤ歯は、そのギヤ歯がともに噛み合うので混合物を連続的に排出し、材料は各歯が互いの歯と噛み合う一端から始まりギヤが回転するにつれて他端のギヤまで進んで各セグメントから排出される。1つのセグメントがほとんど閉鎖した場合、（材料を供給し終わって）次のセグメントが閉じ始める。これにより材料の滑らかな連続流動が行なわれる。

【0034】所定の組のギヤを用いる場合、ギヤ歯の種類は同一であり互いに噛み合うことを確保しなければならない。しかしながら、ギヤ歯の種類が異なる限りギヤの組は互いに異なる。しかし、実際的な観点からは、全てのギヤが同種の歯を有することが通常实际的である。

【0035】次いで第2の加圧混合物はダイから押し出されて未乾燥のボディを形成する。そのダイはボディの所望の形状によりいかなる配置も取り得る。例えば、ある所望の形状はハニカムの形状であり、ハニカムの押しに用いられるどのようなダイも用いられる。

【0036】その未乾燥のボディは次いで乾燥せしめられ、濃密化し（densify）前記混合物成分を反応させるために既知の方法により焼成して所望の製品を形成でき

る。

【0037】

【実施例】以下、本発明を詳細に説明するために実施例を掲げるが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。全ての部、部分およびパーセンテージは、他に記載のない限り重量である。

【0038】（実施例1）以下は、押出機としての2軸ミキサーと連結したギヤポンプおよび製品としてのセラミックハニカム構造を製造するダイを用いて粉末混合物を加工する工程の実施例である。この構造は、通常触媒の媒体として用いられる。

【0039】上記混合物は、一度ハニカム形状に形成され焼成された場合にコージーライトを形成するようなセラミック原材料、押出助剤および水から作られる。

【0040】その粉末混合物は、約41部のタルク（ファイザータルク95-97）、約15部のカオリン（ジョージアカオリン ハイドライト MP）、約26-27部の焼カオリン（ジョージアカオリン グロマックス LL）、約15部のアルミナ（アルカンアルミナC-701）、約2部のシリカ（イムシルシリカA-25）、結合剤として約3部のメチルセルロース（ダウ メトセル<sup>®</sup>）、約30部の水、好ましくは脱イオン水から作られる。上記組成は、所望の特性、例えばレオロジー的特性によりいくぶん変更できる。これらの組成物は次いでリトルブレンダのようなミキサ中で乾燥混合せしめられて均質な混合を提供する。次いで水がこのブレンダ中に即座に吹き付けることにより加えられ均一分散せしめられる。水を加える時間は、湿った混合物が圧縮と可塑化しないように短い（約2分）ものである。この時点で、上記混合物は湿った粉末の形状である。次いでその混合物を一定速度で2軸ミキサ中に装填するが、この場合スクリュウは同方向回転でカミアイである。その2軸ミキサは上記混合物を受けるとこれを混合し、スクリュウで移動させながら可塑化する。その混合物は圧縮されて真空シールを形成し、ベント区域で脱気されて再び操作されて再圧縮され、そしてギヤポンプへ送り込まれる。2軸ミキサからの出力圧力はギヤポンプの入力側のギヤ歯の間の空間を満たすのに十分な約300-500psiの範囲にある。そのギヤ歯はヘリカルであり、そのギヤは異方向回転でカミアイである。このギヤポンプからの出力は次いで移行区域を通じ、前記材料が通過するときに所望のセラ構造を形成するダイに到達する。このギヤポンプは、上記混合物を上記ダイを通じて押し出すのに必要な圧力を発達させる。この場合、その圧力は約2000-2500psiである。押し出された形状は、約400 セル/in<sup>3</sup>（約62セル/cm<sup>3</sup>）のセラ（ハニカム）構造である。形成され焼成された形状の、多孔度、強度および熱膨張のような特性は、ラムまたはアーガタイプの押出機またはギヤポンプをそれ自身で有さない2軸ミキサのようなより伝統的な工程を用いて製造された類似の製品の特性と本質的に同一であ

る。本発明によりギヤポンプを用いた場合、その製品は、ギヤポンプを有さない圧力発生装置として用いられたときのオーガスクリーパーからの、または2軸ミキサフィーダの2つのスクリーパーからのメモリの影響を示さない。物理的寸法はより均一である。波打つウェブ、クラックまたは亀裂のような押出欠点は徹底的に減少した。

【0041】（実施例2）ギヤ歯が平タイプのものについて実施例1の工程を行なう。実施例1に記載した利点の実現された。

【0042】上記実施例により、ギヤポンプは、通常の押出問題のいくつかを除去する一方、製品の特性に有害な影響、すなわち製品それ自身の製品構造の不均質およびダイに装填された不均質な材料から生じる製品から製品への製品構造の不均質、を与えることなく用いることができる。

【0043】（実施例3）もう1つの取組みにおいて、材料がギヤポンプに入る前にその材料を圧縮し脱気するのに押出機を用いる場合の2段1軸押出機の出口にギヤポンプを用いる。上記混合物は、双腕ミキサまたはムーラータイプミキサを用いた2段押出機に入る前に可塑化される。その材料は、低い上記ギヤポンプに装填されるのに十分な圧力で押出機から排出される。そこより前述した実施例のようにダイを通じて押し出される。

【0044】（実施例4）材料が2つのギヤポンプを順に通過するようにしたこと以外は実施例1と同様の工程を行なう。ギヤの速度は、圧力が連続して発生されて製品を形成するのに要求される押出圧に達するように調整される。

【0045】（実施例5）材料を2組のギヤを有する1つのギヤポンプを通過させる以外は実施例1と同様の工程を行なう。ギヤの速度は、圧力が発生されて製品を形成するのに要求される押出圧に達するように調整される。

【0046】説明のための特定実施例に基づいて本発明を詳細に記載したが、本発明は添付した請求項から逸脱するものでなく、またこれらの実施例に限定されるものでもない。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施例におけるギヤポンプに関する典型的な2段1軸押出機の配置を示した説明図

【図2】本発明の一実施例におけるギヤポンプに関する典型的な2軸押出機の配置を示した説明図

【図3】可塑化セラミック粉末の押出工程において材料をギヤポンプを通過させた前と後の圧力変動を示すグラフ

#### 【符号の説明】

10	2段1軸押出機
12	スクリーパー
14	バレル
16	ホッパー
18	真空脱気室
20	ギヤポンプ
22	入力末端
24	出力末端
26	カミアイギヤ
28	ハウジング

フロントページの続き

(72)発明者 ドナルド ロイド ガイル  
アメリカ合衆国 ニューヨーク州 14845  
ホースヘッズ ストーンブルック イ  
ースト (番地なし)

(72)発明者 ルクレシア リタ カトリーニ  
アメリカ合衆国 ペンシルヴァニア州  
18840 セイヤー サウス ウィルバー  
アヴェニュー 409